

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 03-229634

(43)Date of publication of application : 11.10.1991

(51)Int.Cl.

B01J 13/02  
A01N 25/28  
A61K 9/52  
C05G 3/00

(21)Application number : 02-024774

(71)Applicant : AGENCY OF IND SCIENCE &  
TECHNOL

(22)Date of filing : 03.02.1990

(72)Inventor : ABE HIDEKAZU  
YAMADA NORIYUKI  
HIROSUE HIDEHARU  
TATEYAMA HIROSHI  
ISHIBASHI OSAMU

## (54) INORGANIC FINE PARTICLE SHELL SUSTAINED RELEASE MICROSPHERE

### (57)Abstract:

**PURPOSE:** To achieve the mass production of sustained release medicine, agricultural chemicals or fertilizer harmless to a human body and land by surrounding a core substance composed of an effective component by a fine particle shell composed of colloidal silica.

**CONSTITUTION:** A core substance based on an effective component composed of medicine, agricultural chemicals or fertilizer is surrounded by a fine particle shell whose surface material is composed of colloidal silica having a particle size of several nm-several  $\mu$ m. As a result, the effective component can be gradually eluted and, by using the medicine, agricultural chemicals or fertilizer thus constituted, economical effect and the reduction of load to a human body or land can be achieved and, further, since the aforementioned fine particle shell is composed of inorg. colloidal silica and dispersed in water, the shell is harmless and the strength of the chemicals themselves can be enhanced.

⑨ 日本国特許庁 (JP) ⑩ 特許出願公開  
 ⑪ 公開特許公報 (A) 平3-229634

⑫ Int.CI.<sup>5</sup>  
 B 01 J 13/02  
 A 61 N 25/28

識別記号

序内整理番号

⑬ 公開 平成3年(1991)10月11日

6742-4H  
 8317-4G

B 01 J 13/02

L※

審査請求 有 求求項の数 1 (全6頁)

⑭ 発明の名称 無機微粒子被覆放性マイクロスフェア

⑮ 特願 平2-24774

⑯ 出願 平2(1990)2月3日

⑰ 発明者 安部 英一 佐賀県鳥栖市宿町字野々下807番地1 九州工業技術試験所内

⑰ 発明者 山田 勲行 佐賀県鳥栖市宿町字野々下807番地1 九州工業技術試験所内

⑰ 発明者 広末 英晴 佐賀県鳥栖市宿町字野々下807番地1 九州工業技術試験所内

⑰ 発明者 立山 博 佐賀県鳥栖市宿町字野々下807番地1 九州工業技術試験所内

⑰ 出願人 工業技術院長 東京都千代田区霞が関1丁目3番1号

⑯ 指定代理人 工業技術院 九州工業技術試験所長

最終頁に続く

#### 明細書

1. 発明の名称 無機微粒子被覆放性マイクロスフェア

#### 2. 特許請求の範囲

1. 医薬、農薬又は肥料から成る有効成分を素材とする芯物質の両面を数nm～數μmなるコロイダルシリカを素材とする微粒子被覆で覆設したことを特徴とする徐放性マイクロスフェア。

#### 3. 発明の詳細な説明

##### <構造上の利用分野>

本発明は従々にその効果を發揮する医薬、肥料又は農薬に関するものである。

##### <従来の技術>

従来から徐放性の医薬、農薬又は肥料各種の物が開発されているが、その殆どが有効成分なる芯物質の周囲に有機高分子膜を覆設したものであった。また無機多孔質膜をもつ徐放性マイクロスフェアの供用品は化学的方法による界面重合法により製造されている。

##### <発明が解決しようとする課題>

上記従来の徐放性の医薬、農薬又は肥料は有機高分子膜で芯物質の周囲を覆うのにスプレー方式を採用するが、その際有機溶媒を使う必要がある。従って製品中にもこの有機溶媒が残存し、それが人体や土地に有害となる事もある。

又有機高分子膜である為強度がそれ程大きくない。

一方、界面重合法による無機多孔質膜をもつ徐放性マイクロスフェアの製造は大量生産に適さない。

本発明ではこれらの欠点を解消し、人体や土地に無害な徐放性の医薬、農薬又は肥料を大量生産に適するコーティング法により提供することを目的とするものである。

##### <課題を解決する為の手段>

上記本発明の目的は次の如き手段を採用することで解決できる。即ち、医薬、農薬又は肥料から成る有効成分を素材とする芯物質の両面を数nm～數μmなるコロイダルシリカを素材とする無機微粒子被覆した徐放性のマイクロスフェアである。ここでコロイダルシリカの粒子径を数nm～數μmとしたのは、有効成分そのものの溶出速度に因

## 特開平3-229634 (2)

があること、覆設するコロイダルシリカの大きさを変えて有効成分の溶出速度をコントロールするためである。大きさが数nmを超えると空孔が大となりすぎ吸収性が低下するので徐放性を発現する微粒子膜として適さない。

## &lt;作用&gt;

本発明では有効成分から成る芯物質の周囲を、数nm～数μmの無機物質であるコロイダルシリカで覆設しているので、芯物質はコロイダルシリカ層を介してしか外側の物質と接することができないのでその分だけ芯物質の溶出速度は抑制され、有効成分の効果が徐々に発揮されることとなる。

## &lt;実施例&gt;

この実施例は、芯物質として53～210μmの墨筋砂の周囲に、塩基性炭酸マグネシウム(4MgCO<sub>3</sub>·Mg(OH)<sub>2</sub>·4H<sub>2</sub>O)をコーティングした物を用い、該芯物質の周囲に触媒化成工業製のコロイダルシリカSi80P(70～90nm)、又Si500(数nm)をコーティングして製品とした。

上記の如き方法で得た製品につき、その塩基性

炭酸マグネシウムの溶出試験として、0.01MHC1溶液2000ml中に、塩基性炭酸マグネシウム0.1%相当の製品(約10g)を投入し、時間毎の液中の塩基性炭酸マグネシウム濃度を原子吸光法により求めその結果を第1図及び第2図に示す。なお第1図中上向きの矢印↑を付しているものは横軸が上段に記しているもので読み、同下向きの矢印↓を付しているものは下段に記しているもので読みものとする。

なおコロイダルシリカコーティング量の測定として、NaOH10%溶液約500mlに、製品1gを投入し、20分間煮沸、攪拌し、コロイダルシリカ溶解前後の質量の測定からコーティング量を求めた。次にコロイダルシリカより成る微粒子膜の細孔の測定は、水銀圧入法により求めその結果を第3図及び第4図に示す。以上の結果よりコロイダルシリカのコーティング量が多ければ多いほど、又粒径の異なるコロイダルシリカを半々ずつ組合わせる等適度な配合としてコロイダルシリカ層の細孔径を小さくすればするほど炭酸マグネシウムはより速

々に溶出することが判る。

## &lt;発明の効果&gt;

以上述べて来た如く、本発明によればコロイダルシリカより成る微粒子膜で、有効成分より成る芯物質を取り囲んでいる為に有効成分の溶出は徐々に行なわれ、この様な構成の医薬、農薬又は肥料を用いることにより経済的効果と人体や土壌に対する負担の軽減という効果がある。

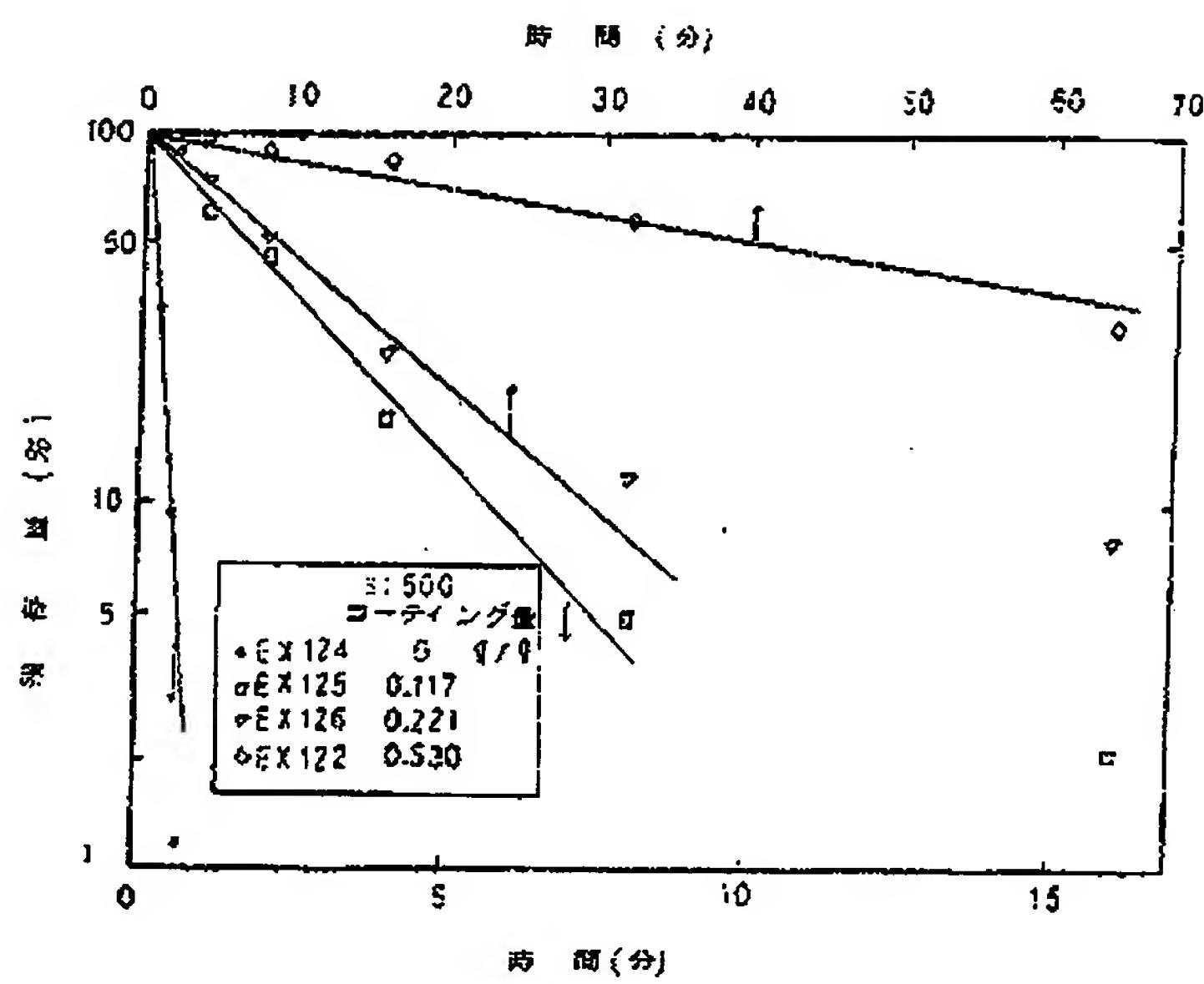
更に本発明は微粒子膜が無機質のコロイダルシリカであり水に分散するので無害でかつ製品自体の強度を大とする事ができる。

## 4. 図面の簡単な説明

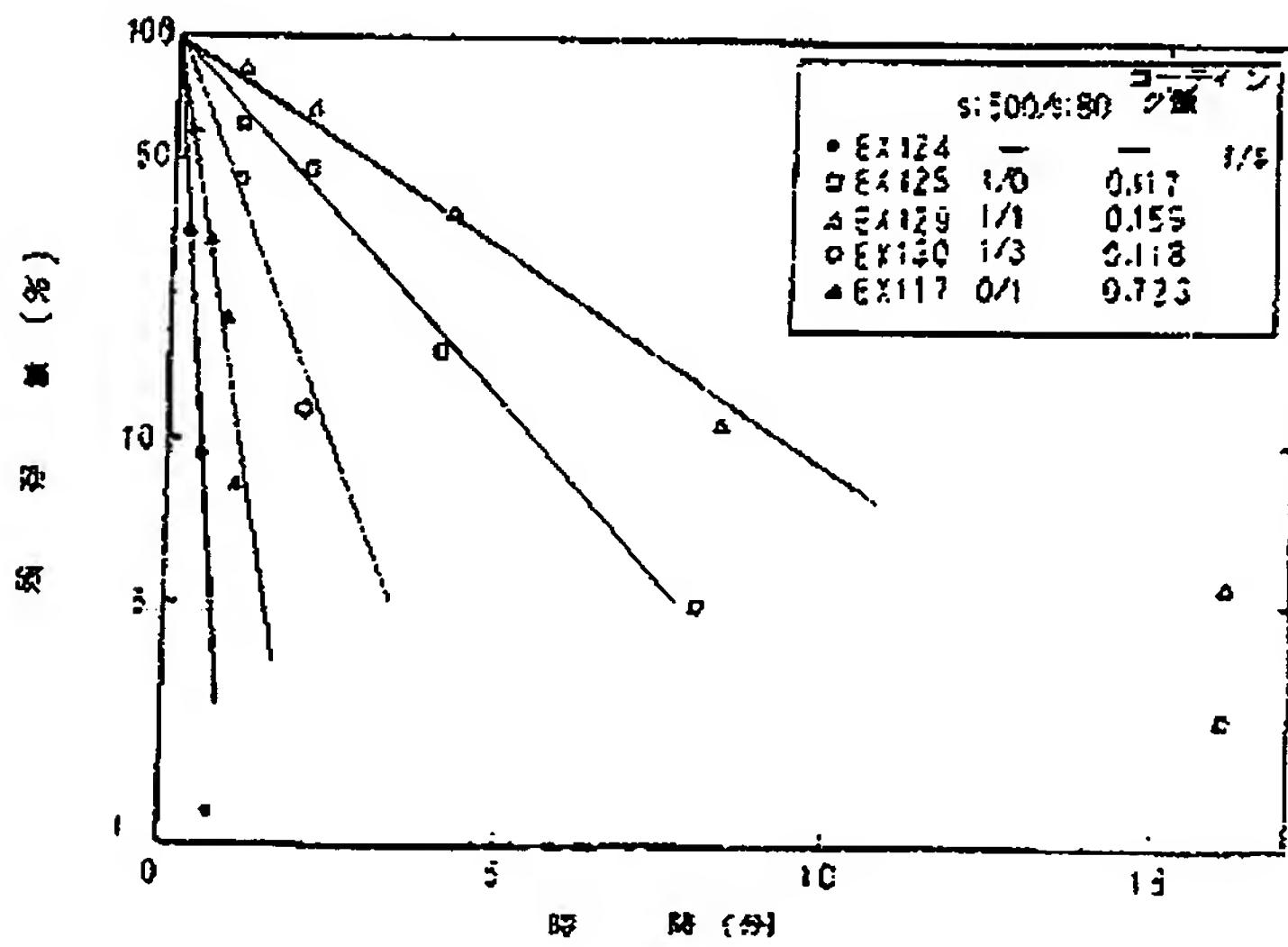
第1図及び第2図は共に塩基性炭酸マグネシウムの溶出試験結果を示すグラフ、第3図は細孔径と標準空孔容積との関係を示すグラフ、第4図は細孔径と微分空孔容積との関係を示すグラフ。

特開平3-229634 (3)

第 1 図

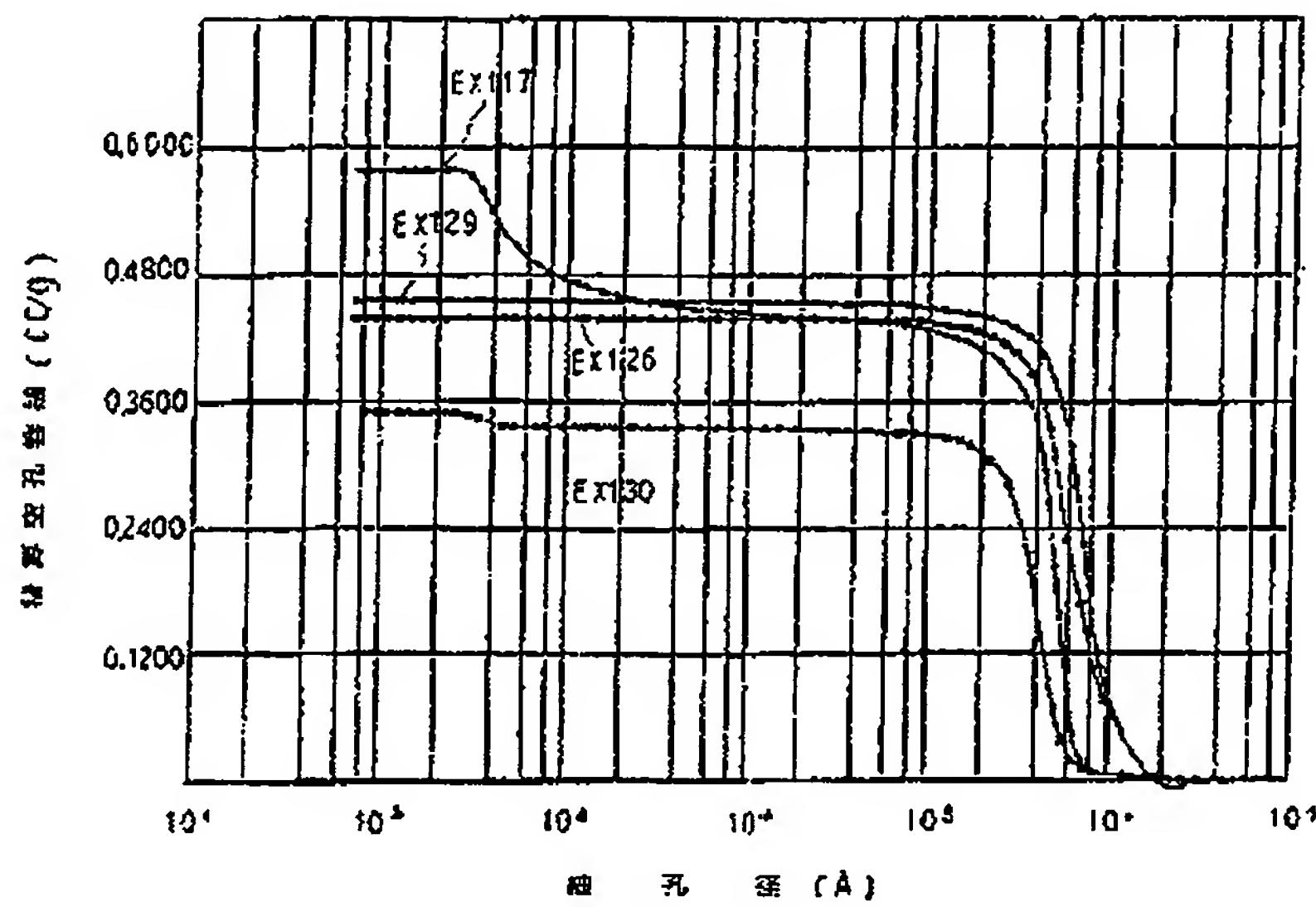


第 2 図

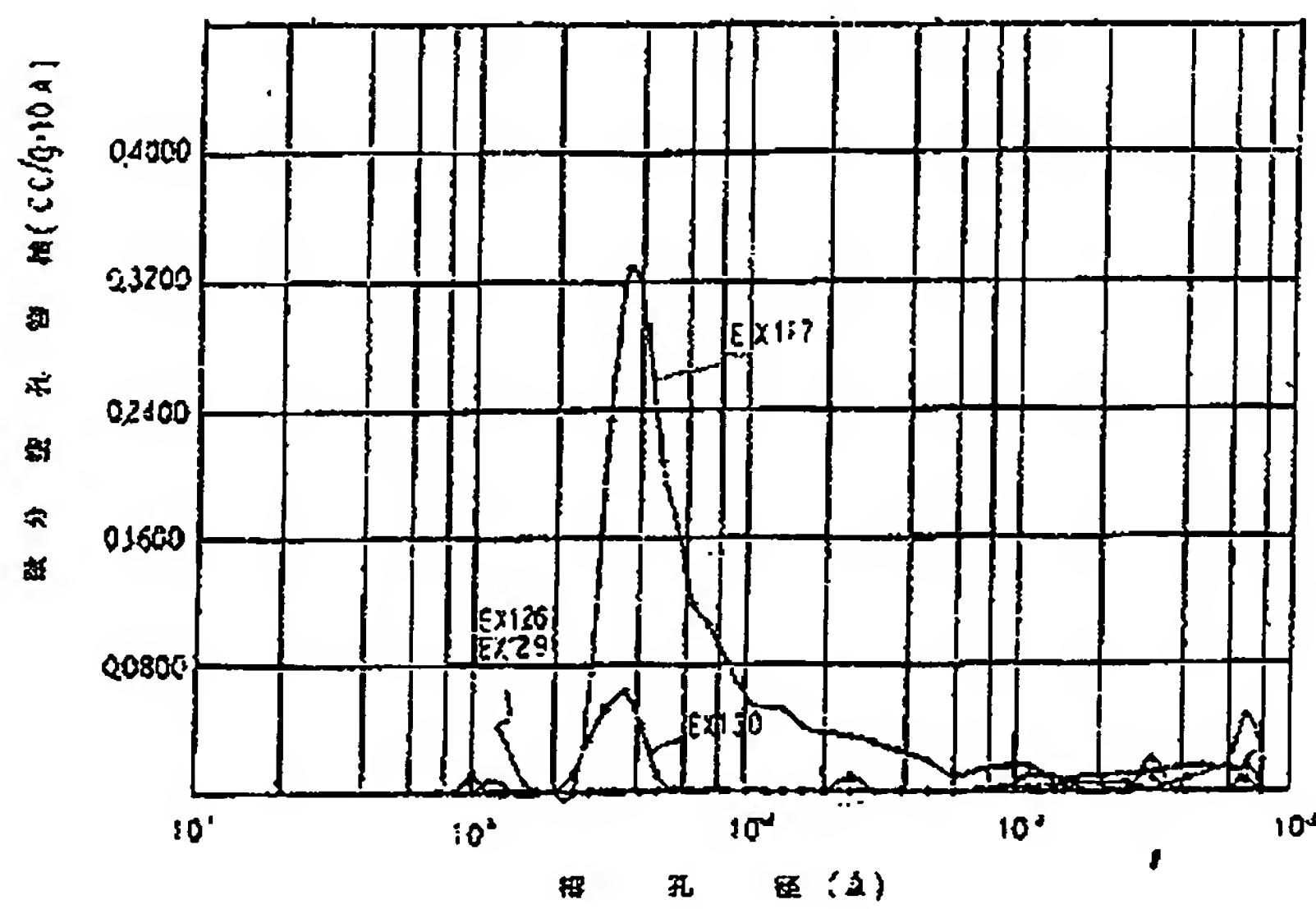


特開平3-229634 (4)

第3図



第4図



特開平3-229634 (5)

## 第1頁の続き

④Int.Cl.<sup>5</sup> 譲別記号 序内整理番号  
 A 61 K 9/52 103 A 7624-4C  
 C 05 G 3/00

⑤発明者 石 嵩 修 佐賀県鳥栖市宿町字野々下807番地1 九州工業技術試験所内

## 手続補正書(方式)

平成2年6月12日

特許庁長官 吉田文毅

## 1. 事件の表示

平成2年特許権 第24774号

## 2. 発明の名称

無機微粒子懸浮放性マイクロスフェア

## 3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

住所 東京都千代田区霞が関1丁目3番1号

氏名 (134) 工業技術院 佐浦 賢

## 4. 指定代理人

住所 佐賀県鳥栖市宿町字野々下807番地1

氏名 工業技術院 九州工業技術試験所長

中津

## 5. 補正命令の日付(発送日)

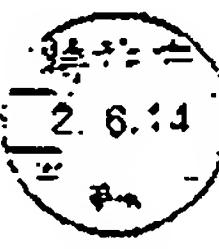
平成2年5月29日

## 6. 補正の対象

図面(第4回)

## 7. 補正の内容

別紙の通り

方式  
本願

特許平3-229634 (6)

第4図

